

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 758 881

②1 N° d'enregistrement national : 97 01140

⑤1 Int Cl⁶ : G 01 N 27/07, G 01 N 33/24

①2

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 30.01.97.

③0 Priorité :

⑦1 Demandeur(s) : INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE
— FR.

④3 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 31.07.98 Bulletin 98/31.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑦2 Inventeur(s) : DURAND CLAUDINE, LENORMAND
ROLAND, RINGOT GABRIEL et BEHÔT JOELLE.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦3 Titulaire(s) :

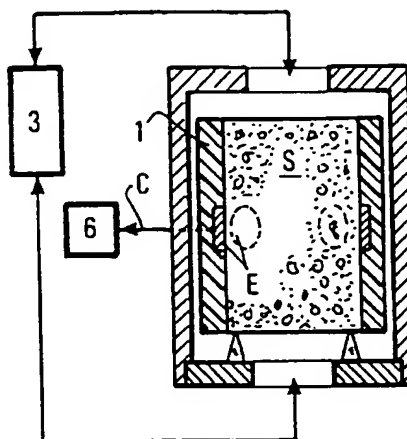
⑦4 Mandataire(s) :

⑤4 DISPOSITIF POUR FAIRE DES MESURES DE LA RESISTIVITE ELECTRIQUE D'UN ECHANTILLON SOLIDE.

⑤7 Dispositif pour faire des mesures de résistivité électrique sur un échantillon solide (S), par couplage avec sa surface d'électrodes (E) disposées entre lui et une gaine de confinement allongée (1).

Pour obtenir un excellent couplage des électrodes avec le solide, on utilise des moyens mécaniques de serrage de la gaine, en exerçant sur elle par exemple une compression axiale avec déformation radiale concomitante action que l'on complète par serrage de vis radiales, ou bien encore en utilisant une gaine thermorétractable que l'on rétracte après avoir positionné les électrodes (E). Les électrodes et les conducteurs électriques (C) qui les relient à un appareil de mesure électrique (6), peuvent être intégrés à un circuit multi-couches souple disposé entre l'échantillon et la gaine.

Application à des mesures pétrophysiques en laboratoire par exemple, notamment pour des mesures de résistivité d'échantillons soumis à une force centrifuge. §



FR 2 758 881 - A1



La présente invention concerne un dispositif pour faire des mesures de la résistivité électrique d'un échantillon solide et un procédé de mise en œuvre du dispositif.

Le dispositif selon l'invention peut trouver des applications dans de nombreux domaines et notamment dans la mesure de la résistivité électrique d'échantillons géologiques dans le but de déterminer différents paramètres en présence de fluides.

La résistivité d'un échantillon solide peut être mesurée au moyen d'électrodes qui sont placées en contact avec la surface, à des emplacements choisis, entre lesquelles on fait passer un courant électrique. La mesure de la différence de potentiel apparaissant entre les emplacements des électrodes, donne directement la mesure de la résistivité. Pour que les mesures soient significatives, il importe que le contact des électrodes avec la surface soit le plus étroit possible.

Un procédé connu consiste par exemple à placer l'échantillon à tester dans une gaine élastique. Les électrodes sont placées entre l'échantillon et la gaine et reliées au travers elle par des conducteurs électriques à un système de mesure de la conductivité électrique. La gaine est placée dans une enceinte de confinement. Un fluide sous pression est admis dans l'enceinte qui a pour effet de plaquer avec force la gaine et par conséquent les électrodes contre l'échantillon.

Un tel procédé utilisant un fluide sous pression pour plaquer une gaine contre un échantillon, est utilisé par exemple dans les outils de pétrophysique décrits dans les brevets FR-A-2 708 742 et 2 724 460 du demandeur ou le brevet US-A-5 105 154 par exemple. Le procédé est facilement applicable dans tous les cas où la cellule renfermant l'échantillon est statique. Il est plus difficilement envisageable quand les mesures de résistivité sont effectuées durant des processus où l'échantillon est placé dans un équipement mobile relativement petit et léger et soumis à des déplacements rapides.

C'est le cas dans certains types de mesure où l'on étudie les déplacements de fluides dans un échantillon d'un matériau poreux placé dans une cellule ou godet relativement léger et soumis à l'action de la force centrifuge, du fait de contraintes de masse, d'encombrement.

- 5 Un tel système de centrifugation adapté à recevoir un échantillon d'un matériau poreux contenant un fluide (de la saumure par exemple) est décrit par exemple dans les brevets FR-A-2.666.147 (US 5,253,529), FR-A-2.699.282 du demandeur. Ce système de centrifugation comporte un moteur entraînant en rotation plusieurs bras. L'échantillon sous la forme d'un barreau cylindrique éventuellement gainé sur son
- 10 pourtour, est placé dans un godet contenant un autre fluide tel que de l'huile par exemple, fixé à l'extrémité d'un bras de façon que la force centrifuge chasse le fluide le plus dense radialement hors de l'échantillon.

- Le dispositif selon l'invention permet la réalisation de mesures de résistivité électrique d'un échantillon solide et notamment d'un échantillon soumis à
- 15 centrifugation, par couplage avec sa surface d'électrodes disposées entre lui et une gaine de confinement allongée, ces électrodes étant reliées à un appareil de mesure électrique.

Il est caractérisé en ce qu'il comporte des moyens mécaniques de serrage pour appliquer étroitement les électrodes contre l'échantillon par action sur la gaine.

- 20 Suivant un mode de réalisation, la gaine est réalisée en un matériau déformable et le dispositif comporte un récipient ou godet rigide de section juste suffisante pour contenir l'échantillon dans sa gaine, et des moyens pour appliquer une force de compression dirigée suivant la direction d'allongement de la gaine et obtenir une dilatation centripète couplant les électrodes contre l'échantillon, cette force étant
- 25 obtenue par exemple par vissage d'un écrou.

Suivant un deuxième mode de réalisation, la gaine est de type thermo-rétractable et les moyens mécaniques de serrage comportent un appareil de chauffage temporaire de la gaine après sa mise en place autour de l'échantillon.

5 Suivant un mode préféré de mise en œuvre, le dispositif comporte une feuille souple en matériau isolant placée autour de l'échantillon, et les électrodes sont reliées à l'appareil de mesure électrique par des moyens de connexion comprenant des pistes conductrices courant dans l'épaisseur de la feuille. Cette feuille souple est associée par exemple avec une gaine thermorétractable destinée à la plaquer contre l'échantillon.

10 De préférence, les électrodes et éventuellement les pistes conductrices sont réalisées dans un matériau conducteur inoxydable: métal noble, acier inoxydable, etc., rapportées sur la feuille.

15 Le dispositif selon l'invention est bien adapté pour obtenir une force de couplage latérale importante sur un échantillon dans des applications telles que la centrifugation par exemple, où cet échantillon est placé dans un équipement mobile relativement léger où l'espace disponible autour de lui est restreint.

20 L'invention concerne aussi une méthode pour la mise en œuvre du dispositif tel que précédemment défini où l'on inclut le dispositif dans un récipient associé à des moyens pour lui appliquer une force centrifuge et l'on mesure les variations de la résistivité de l'échantillon résultant de déplacements de fluides dans l'échantillon sous l'effet de la force centrifuge appliquée.

D'autres caractéristiques et avantages du dispositif selon l'invention, apparaîtront à la lecture de la description ci-après d'un exemple non limitatif de réalisation, en se référant aux dessins annexés où :

25 – la Fig. 1 montre un premier mode de couplage d'électrodes avec un échantillon dans une cellule de confinement par compression d'une gaine;

- la Fig. 2 montre un deuxième mode de couplage d'électrodes avec un échantillon dans une cellule de confinement, par utilisation d'une gaine thermo-rétractable;
- la Fig. 3 montre un détail de mise en place d'électrodes et de pistes conductrices de liaison;
- 5 – la Fig. 4 montre un autre mode de réalisation de la gaine disposée autour de l'échantillon;
- la Fig. 5 montre un système de centrifugation d'une cellule contenant un échantillon à tester; et
- la Fig. 6 montre schématiquement un appareillage de mesure de la résistance
10 électrique d'un échantillon;
- la Fig. 7 montre un exemple de distribution de mesures de la résistance électrique d'un échantillon en fonction de sa saturation en eau, obtenue par la mise en œuvre du dispositif selon l'invention.

Le dispositif selon l'invention (Fig.1 à 4) est utilisé dans les exemples qui vont
15 suivre, pour réaliser des mesures de résistivité électrique d'un échantillon S en forme de barreau allongé, taillé par exemple dans un fragment de roche, dans lequel on déplace des fluides. L'échantillon S est confiné latéralement par une gaine étanche 1 réalisée dans un matériau diélectrique et placé dans un récipient. La cavité intérieure du récipient 2 est délimitée à une première extrémité par une paroi 3 présentant une
20 ouverture 4 pouvant communiquer avec un système hydraulique 5 permettant de déplacer des fluides dans l'échantillon S.

Pour mesurer la résistivité de l'échantillon, plusieurs électrodes E sont disposées au contact de sa paroi latérale. Elles communiquent avec un appareil électrique de mesure 6 adapté sélectivement à faire circuler des courants électriques et
25 à mesurer les différences de potentiel entre les électrodes.

Suivant le mode de réalisation de la Fig.1, la gaine 1 est réalisée dans un matériau déformable : matière plastique ou élastomère, et la section intérieure du récipient est sensiblement égale à celle de la gaine 1. Le récipient 2 est délimité, à son extrémité opposée à la paroi 3 par une bague vissable 7 comportant un rebord annulaire 8 de section égale à celle de la gaine entourant l'échantillon, dimensionné de façon qu'il vienne compresser longitudinalement la gaine 1 quand le couvercle est complètement vissé. La dilatation centripète qui en résulte a pour effet de plaquer avec force les électrodes E contre la paroi latérale de l'échantillon S.

Pour améliorer encore la force de plaquage appliquée à chacune des électrodes E, le dispositif peut comporter des vis radiales 9 dans des orifices ménagés à travers la paroi du récipient, derrière chacune des électrodes, et que l'on peut régler à volonté.

Suivant le mode de réalisation de la Fig.2, la gaine de confinement 1 autour de l'échantillon, est réalisée dans un matériau thermo-rétractable. Les électrodes E sont interposées entre la paroi extérieure de l'échantillon et la gaine 1 et celle-ci est exposée à la chaleur, suffisamment pour que la gaine en se rétrécissant, vienne plaquer avec force les électrodes E contre la paroi latérale de l'échantillon.

Suivant un mode préféré de mise en œuvre, les électrodes E sont rapportées sur une feuille plastique isolante 10 (Fig.3) enveloppant l'échantillon S. Elles sont raccordées à des circuits extérieurs de liaison C avec l'appareil de mesure 4, par des conducteurs électriques 11 courant dans l'épaisseur de la feuille. Celle-ci peut être multi-couches (Fig.3), les conducteurs électriques étant alors photogravés sur une face intérieure de l'une d'entre elles (10a), suivant une technique connue en soi. De préférence, ces électrodes E et ces conducteurs électriques 11 sont réalisés dans un matériau inoxydable tel que l'acier inoxydable ou un métal noble, pour améliorer leur fiabilité. La pastille formant l'électrode E peut être rapportée par électrolyse dans un orifice ménagé dans la couche 10a au contact de la roche. La feuille plastique 10 incluant les électrodes et les pistes de liaison 11, est disposée autour de l'échantillon S

est serrée ensuite contre lui par exemple par mise en place et rétrécissement d'une gaine thermo-rétractable 1.

Pour obtenir une meilleure étanchéité, on peut utiliser une gaine 1 comportant (Fig.4) une première couche 1a réalisée en élastomère disposée autour de l'échantillon S muni de ses électrodes, et une gaine extérieure thermo-rétractable 1b.

Les deux modes d'application d'électrodes contre un échantillon précédemment décrits, peuvent être utilisés par exemple pour faire des mesures de résistivité dans le cadre d'une technique de déplacement de fluides par centrifugation comme décrit dans le brevet FR-A-2.699.282 précité.

10 Dans un godet contenant de l'huile, est placé un échantillon saturé d'un liquide plus dense (de la saumure par exemple) et l'on mesure simultanément les volumes de fluide déplacés sous l'effet de la force centrifuge, et la résistivité de l'échantillon au moyen d'électrodes plaquées contre l'échantillon (Fig.1-3). Le but de ces mesures combinées est de déterminer la variation de la résistivité en fonction de la saturation.

15 La gaine extérieure assure l'étanchéité de la surface latérale de l'échantillon, les déplacements de fluide s'effectuant seulement suivant sa direction d'allongement.

Le système de centrifugation comporte (Fig.5) une cuve 12 circulaire, un moteur électrique 13 reposant sur un socle 14 solidaire de la paroi de la cuve 12, qui entraîne en rotation un moyeu 15, pourvu de deux bras 16 opposés l'un à l'autre et de

20 même longueur. Deux godets 2 sensiblement de même masse pour des raisons d'équilibre, sont montés pivotant à l'extrémité respectivement des deux bras 16 de façon à s'aligner spontanément avec la direction de la force centrifuge appliquée. Chaque godet comporte une partie terminale rétrécie 2a dans laquelle sont recueillis les fluides extraits de l'échantillon par la force centrifuge. Une fenêtre transparente 17

25 graduée est ménagée dans cette partie terminale. Au moyen d'un stroboscope (non représenté) on vient éclairer la fenêtre pour y détecter la position du ménisque eau/huile pour en déduire le volume de fluide expulsé.

Les conducteurs électriques associés aux différentes électrodes, forment un câble 18 qui longe le bras jusqu'à un connecteur tournant 19 d'un type connu. La partie périphérique 20 de ce connecteur tournant, est maintenue fixe par une potence 21 fixée à la paroi de la cuve 12, et reliée par un câble collecteur 22 à un appareil de mesure électrique 6 commandé par un système de pilotage 23.

Trois couples d'électrodes (e1, e'1), (e2, e'2) et (e3, e'3) par exemple, sont placées au contact de l'échantillon (Fig.6), les électrodes de chaque couple étant disposées symétriquement par rapport à l'axe du barreau. Les électrodes e1 et e3 sont interconnectées et reliées par l'intermédiaire d'une résistance R_0 , avec une première borne d'un générateur alternatif 24. Les électrodes e'1 et e'3 sont également interconnectées et reliées par l'intermédiaire d'un interrupteur I1, à une deuxième borne du générateur 24. Les paires d'électrodes (e1, e3), (e'1, e'3) ainsi que les électrodes e2 et e'2, sont respectivement connectées aux différentes bornes d'un commutateur C. Les différentes tensions V_0-V_3 apparaissant entre elles et la masse électrique (première borne du générateur 24), sont mesurées par un voltmètre. L'intensité qui traverse l'échantillon s'exprime par : $I = V_0/R_0$, et la résistance électrique R de l'échantillon se calcule par la relation:

$$R = (V_2 - V_1)/I \text{ ou encore } R = R_0.(V_2 - V_1)/V_0$$

Dans la pratique, suivant les règles habituelles de l'art, on utilise un montage dit à quatre fils conducteurs bien connu, pour relier les trois paires d'électrodes à l'appareil de mesure 6.

La mesure de la résistivité (en $\Omega.m$) d'un échantillon de roche réservoir extraite d'une formation géologique en fonction de la saturation en fluides mouillant/non mouillant, est susceptible de fournir des informations sur les interactions entre ces fluides et les minéraux de la roche (distribution des fluides par rapport à la nature minéralogique et la composition superficielle). Ces interactions conditionnent le comportement en mouillabilité, les valeurs de perméabilité relative,

etc., valeurs dont la connaissance est indispensable à la compréhension et la modélisation de la récupération des hydrocarbures dans les gisements pétroliers.

Les contraintes résultant de la centrifugation ne sont pas la même en tout point de l'échantillon. Il s'ensuit une distribution des saturations dépendant de la géométrie et de la vitesse de rotation de la centrifugeuse, mais aussi de la différence de densité des deux fluides. La mesure de la quantité de fluide produite par l'échantillon, permet de calculer la saturation moyenne. On peut calculer la valeur de la pression capillaire à l'entrée de l'échantillon. On peut ensuite calculer les pressions capillaires sur la section transversale de l'échantillon où sont placées les électrodes et en déduire la saturation à cet endroit. On a donc la mesure de la résistivité R et la saturation S et donc la loi de variation $R(S)$.

La résistivité des roches est un des paramètres accessibles par mesure in situ dans les puits et, de ce fait, le calage par comparaison avec des mesure de laboratoire est précieux. La relation entre la saturation en eau et la résistivité de la roche est habituellement traduite par la loi d'Archie:

$$IR = R/R_{100} = S_w^{-n}$$

avec IR indice de résistivité, rapport de la résistance R de la roche mesurée à la saturation S_w à la résistance de la roche entièrement saturée d'eau. L'exposant n est habituellement proche de 2 pour des échantillons mouillables à l'eau.

On ne sortirait pas du cadre de l'invention en utilisant éventuellement en combinaison avec le dispositif selon l'invention, un système de mesure du temps de vol d'impulsions acoustiques au travers du barreau comme décrit dans les brevets précédents du demandeur en des emplacements différents le long de chaque godet.

REVENDICATIONS

1) Dispositif pour faire des mesures de résistivité électrique sur un échantillon solide (S), par couplage avec sa surface d'électrodes (E) disposées entre lui et une gaine de confinement (1), ces électrodes étant reliées à un appareil de mesure
5 électrique (6), caractérisé en ce qu'il comporte des moyens mécaniques de serrage pour appliquer étroitement les électrodes contre l'échantillon par action sur la gaine.

2) Dispositif selon la revendication 1, caractérisé en ce que la gaine est réalisée en un matériau déformable, le dispositif comportant un récipient rigide (2) de section transversale juste suffisante pour contenir l'échantillon dans sa gaine, et des moyens
10 (7, 8) pour appliquer une force de compression dirigée suivant la direction d'allongement de la gaine et obtenir une dilatation centripète couplant les électrodes contre l'échantillon.

3) Dispositif selon la revendication 1, caractérisé en ce que la gaine (1) est de type thermo-rétractable et les moyens mécaniques de serrage comportent un appareil
15 de chauffage temporaire de la gaine après sa mise en place autour de l'échantillon.

4) Dispositif selon la revendication 1, caractérisé en ce que la gaine (1) comporte une première couche (1a) réalisée en un matériau souple et une deuxième couche (1b) de type thermo-rétractable, les moyens mécaniques de serrage comportant un appareil de chauffage temporaire de la gaine après sa mise en place
20 autour de l'échantillon.

5) Dispositif selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il comporte une feuille (10) en matériau isolant placée autour de l'échantillon, les électrodes (E) reliées à l'appareil de mesure électrique (6) par des moyens de connexion comprenant des pistes (9) courant dans l'épaisseur de la feuille (10).

6) Dispositif selon la revendication 4, caractérisé en ce que les électrodes et les pistes conductrices sont réalisées dans un matériau conducteur tel qu'un métal noble ou de l'acier inoxydable, et rapportées sur la feuille (10).

7) Dispositif selon l'une des revendications 4 ou 5, caractérisé en ce que la
5 feuille (10) est placée à l'intérieur d'une gaine thermo-rétractable.

8) Dispositif selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le récipient (2) est associé à un système de centrifugation.

9) Application du dispositif selon l'une des revendications précédentes pour l'étude de roches-réservoirs dans lesquelles on déplace des fluides.

10 10) Méthode pour la mise en œuvre du dispositif selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisée en ce que l'on inclut le dispositif dans un récipient associé à des moyens pour lui appliqué une force centrifuge et on l'on mesure les variations de la résistivité de l'échantillon résultant de déplacements de fluides dans l'échantillon sous l'effet de la force centrifuge appliquée.

1/2

FIG.1

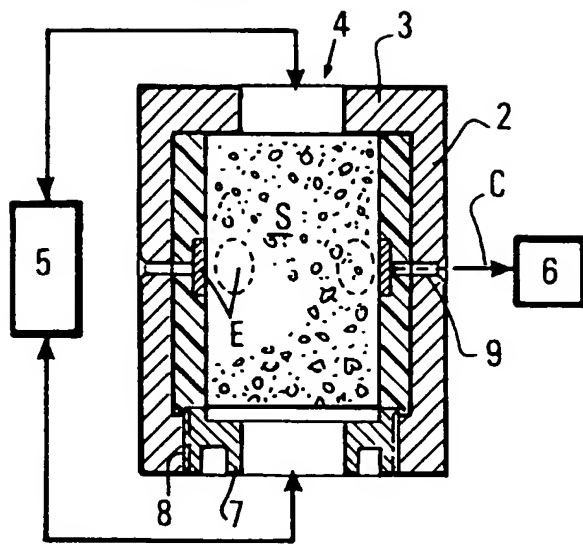


FIG.2

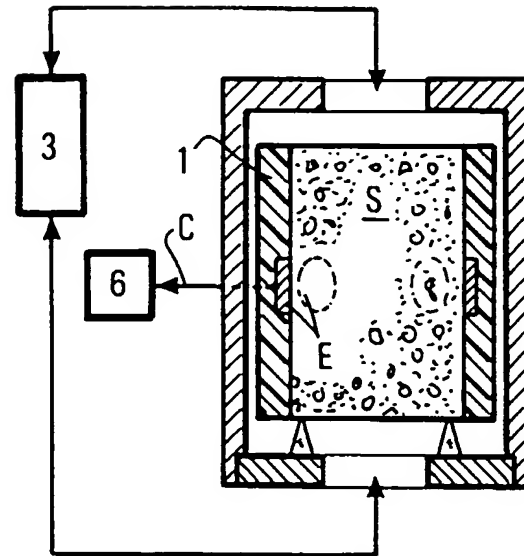


FIG.3

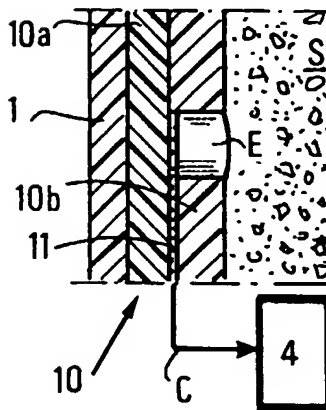


FIG.4

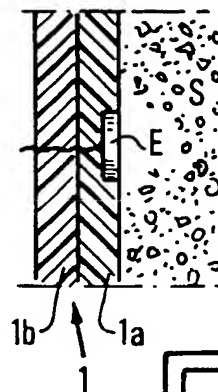


FIG.7

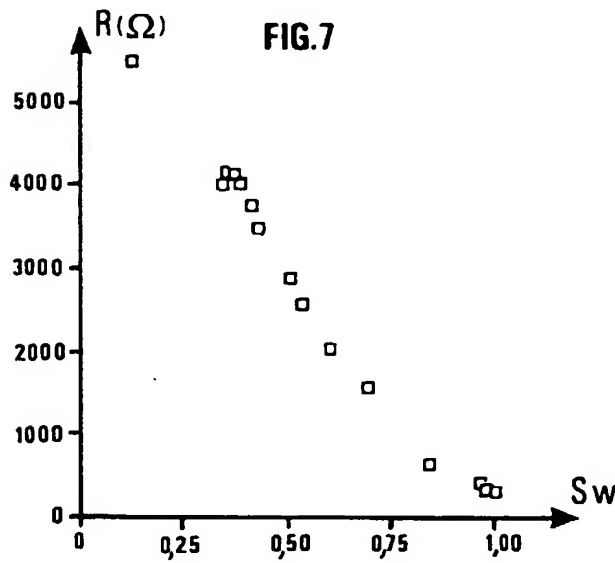


FIG.6

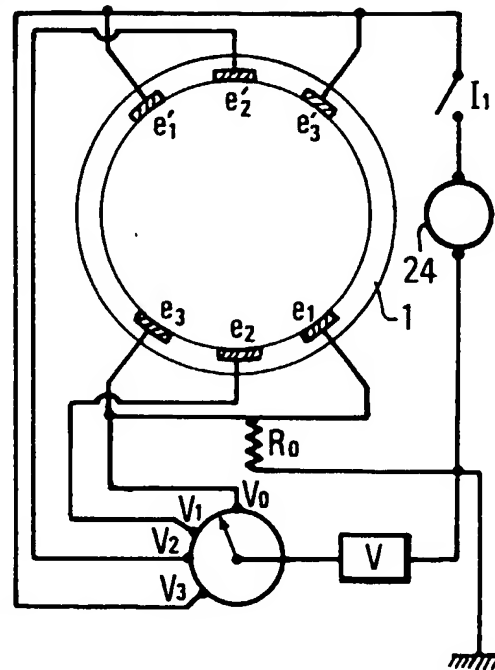
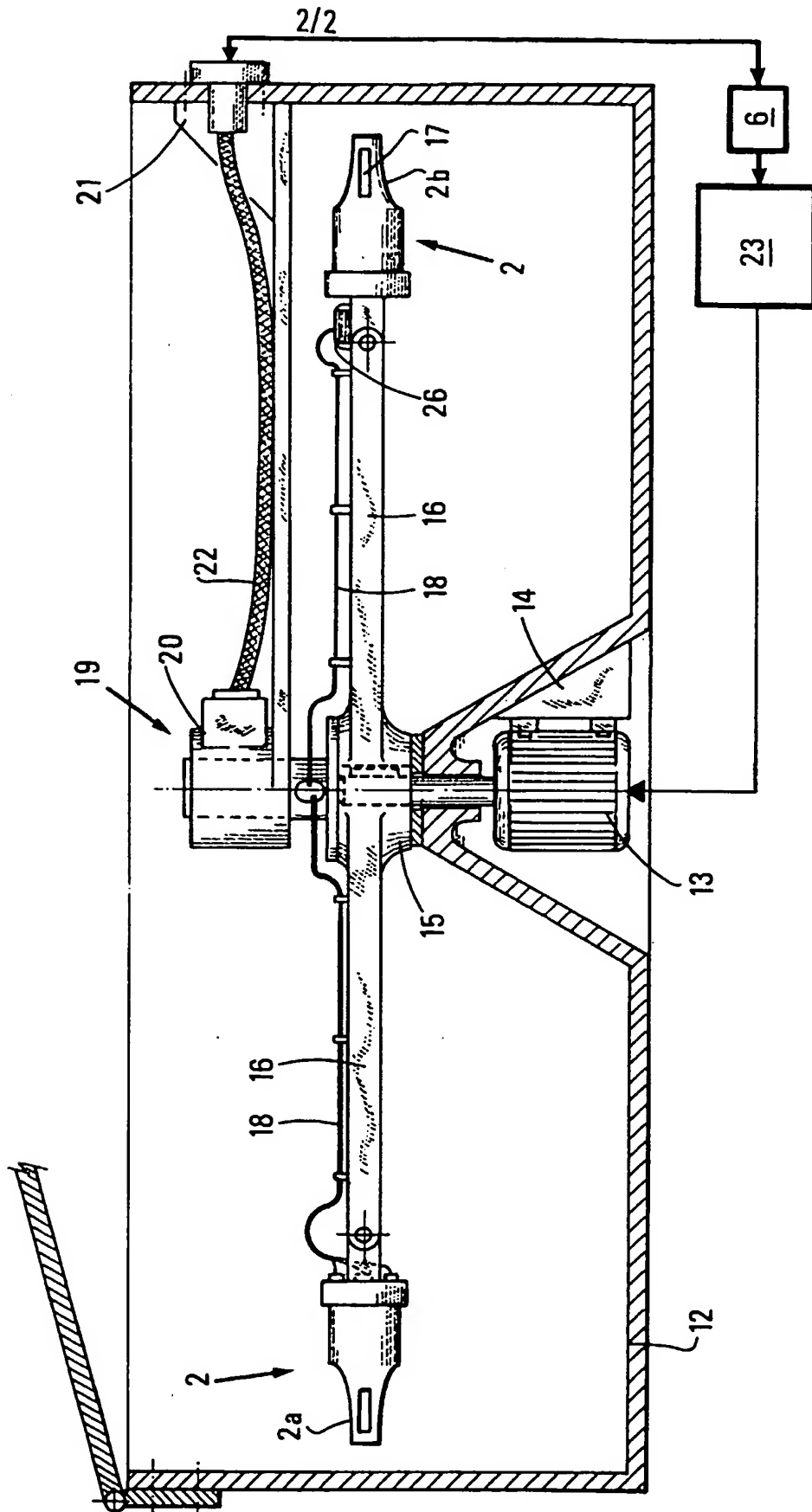


FIG. 5



2758881

REPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE
PRELIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 539484
FR 9701140

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
Y	US 5 164 672 A (GILLILAND ET AL.) 17 novembre 1992 * le document en entier *	1,2,9
D,Y	US 5 105 154 A (GIVENS ET AL.) 14 avril 1992 * le document en entier *	1,2,9
D,A	FR 2 724 460 A (INSTITUT FRANÇAIS DU PÉTROLE) 15 mars 1996 * le document en entier *	1-6
A	DE 44 14 619 A (INSTITUT FÜR TECHNOLOGIE UND UMWELTSCHUTZ EV) 19 octobre 1995 * le document en entier *	1-6
D,A	FR 2 666 147 A (INSTITUT FRANÇAIS DU PÉTROLE) 28 février 1992 * le document en entier *	8,10
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
		G01N
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
6 octobre 1997		Bosma, R
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>		

1

EPO FORM 1503 03.92 (P04C13)